

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

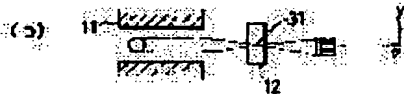
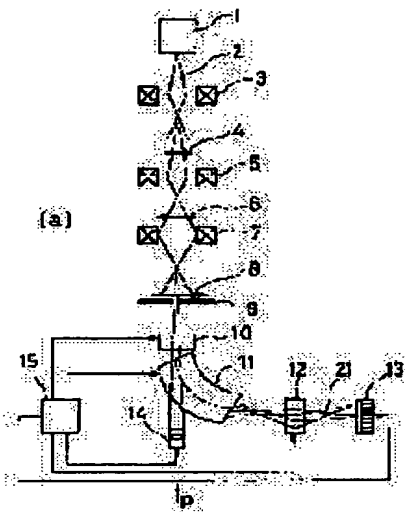
(11)Publication number : 07-021966  
(43)Date of publication of application : 24.01.1995

(51)Int.Cl. H01J 37/26  
H01J 37/248

(21)Application number : 05-165719 (71)Applicant : HITACHI LTD  
(22)Date of filing : 05.07.1993 (72)Inventor : TAYA TOSHIMICHI  
NAGAOKI ISAO

(54) ANALYSIS ELECTRON MICROSCOPE

(57)Abstract:  
PURPOSE: To make it possible to carry out a simultaneous analysis of electron energy loss, and a high magnification observation of the analyzing part, in an analysis electron microscope.  
CONSTITUTION: A magnetic field quadruple lens 10 for focus is provided at the incident side of a fragment electromagnet 11, while a magnetic field quadruple lens 12 for distributing zoom is provided at the injection side of the fragment electromagnet 11, and an energy loss spectrum is analyzed simultaneously by a plane detector 13. A fixed camera element 14 is provided at the place at the rear side of the fragment electromagnet 11 where the electron beam is not deflected, and the coil currents of the magnetic field quadruple lens 10 and the fragment electromagnet 11 are ON/OFF converted. In such a way, the measuring of the electron energy loss spectrum at the minute part of a sample, and the image observation can be converted instantly.



LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 14.08.1996  
[Date of sending the examiner's decision of rejection]  
[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]  
[Date of final disposal for application]  
[Patent number] 2872001  
[Date of registration] 08.01.1999  
[Number of appeal against examiner's decision of rejection]  
[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]  
[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2000 Japanese Patent Office

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 許出願公開番号

特開平7-21966

(43) 公開日 平成7年(1995)1月24日

(51) Int. Cl.<sup>°</sup>

H 0 1 J 37/26  
37/248

識別記号

庁内整理番号

F I

技術表示箇所

C

審査請求 未請求 請求項の数 4 O L (全 6 頁)

(21) 出願番号 特願平5-165719

(22) 出願日 平成5年(1993)7月5日

(71) 出願人 000005108

株式会社日立製作所

東京都千代田区神田駿河台四丁目6番地

(72) 発明者 田谷 俊睦

茨城県勝田市市毛882番地 株式会社日立  
製作所計測機事業部内

(72) 発明者 長沖 功

茨城県勝田市市毛882番地 株式会社日立  
製作所計測機事業部内

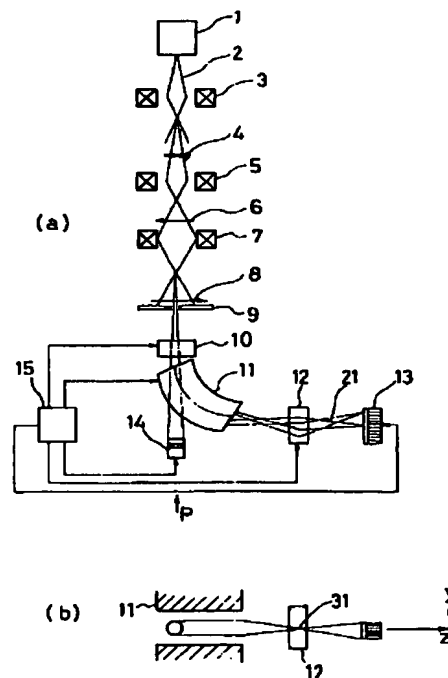
(74) 代理人 弁理士 平木 祐輔

(54) 【発明の名称】 分析電子顕微鏡

(57) 【要約】

【目的】 分析電子顕微鏡において、電子エネルギー損失の同時分析と、その分析部分の高倍率像観察を可能にする。

【構成】 扇形電磁石11の入射側にフォーカス用磁場4重極レンズ10を、出射側に分散ズーム用磁場4重極レンズ12を設置し、平面検知器13でエネルギー損失スペクトルを同時分析する。扇形電磁石11の後方で電子ビームが偏向しない位置に固体撮像素子14を設置し、制御電源15により磁場4重極レンズ10と扇形電磁石11のコイル電流をオン・オフ切替することにより、試料の微小部分の電子エネルギー損失スペクトルの測定と、像観察を瞬時に切替えるようにする。



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 試料の微小部分を透過した電子ビームのエネルギー損失を分析する扇形電磁石と、扇形電磁石の入射側前方に設置された収束作用を持つ磁場4重極レンズと、扇形電磁石の出射側後方に設置された分散を可変する磁場4重極レンズと、前記扇形電磁石及び前記磁場4重極レンズを制御する制御電源と、エネルギー分散された電子ビームを同時に検知する平面検知器とを有し、扇形電磁石による電子エネルギー分析用の磁場を印加しない試料の分析部分の像観察時に電子ビームが進行する扇形電磁石の後方位置に、試料の分析部分の透過電子像を撮像する固体撮像素子を配置した電子エネルギー損失分析電子顕微鏡。

【請求項2】 扇形電磁石の発生する磁場内に配置された分析管が、扇形電磁石による電子エネルギー分析用の磁場を印加しない場合に電子ビームを通過させる磁場の外に達する枝管を有し、前記枝管内に固体撮像素子を配置したことを特徴とする請求項1記載の電子エネルギー損失分析電子顕微鏡。

【請求項3】 前記制御電源は、試料の分析部分の像観察時に、前記収束作用を有する磁場4重極レンズ及び前記扇形電磁石の励磁電流を遮断することを特徴とする請求項1又は2記載の電子エネルギー損失分析電子顕微鏡。

【請求項4】 前記制御電源は、試料の分析部分の像観察時に、前記収束作用を有する磁場4重極レンズの励磁電流を遮断すると共に、前記扇形電磁石に電子ビームを実質的に分散させることがない磁場を発生させる電流を流すことを特徴とする請求項1又は2記載の電子エネルギー損失分析電子顕微鏡。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、透過電子顕微鏡による試料の微小部分の像観察と元素分析を行う分析電子顕微鏡に関する。特に、試料の微小部分を透過した電子のエネルギー損失を電磁石で分析して、そのスペクトルを平面検知器で同時に計測する電子エネルギー損失分析電子顕微鏡に関する。

## 【0002】

【従来の技術】従来の電子エネルギー損失分析電子顕微鏡は、図8に示すように、透過電子顕微鏡1～9の下に電子エネルギー分析部としての扇形電磁石11と、エネルギー分散を拡大するための3個以上の4重極レンズ23、24、25からなるズーム用4重極レンズ群と、長方形の平面検知器（マイクロチャンネルプレートアレイ）13を配置した構成をとっている。

【0003】電子源1で加速された電子ビーム2は、集束レンズ3で絞られ、試料4を透過する。その後、電子ビームは対物レンズ5で拡大され、一度結像6を結び、さらに結像レンズ7で拡大され、蛍光板9に結像8を結

ぶ。蛍光板9の中央には小穴が開いており、そこを通過した電子ビームは、扇形電磁石11に入射し、試料を通過したときのエネルギーの損失量が分析される。分散を受けた電子ビーム21は、3個以上の4重極レンズ23、24、25からなる分散ズーム用レンズ群で分散距離が拡大され、平面検知器13で同時に積算して検知され、図示しない表示装置にスペクトルとして表示される。

【0004】ところで、図8に示した従来の電子エネルギー損失分析電子顕微鏡の構成では、分析している場所の電子顕微鏡像を得ることができない。すなわち蛍光板9の小穴を通過した電子ビームのエネルギー損失が分析されるので、蛍光板9上にはその部分の微細な像が欠落しており、観測者にとって一番知りたい部分の情報が得られない。この問題に対しては、図9に示すように、蛍光板9と扇形電磁石11の間に固体撮像素子14を電子ビームに対して垂直方向に出入れ可能に配置し、分析場所の像を観察するときだけ固体撮像素子14を電子光学系中に挿入することが行われている。

## 【0005】

【発明が解決しようとする課題】エネルギー分散を拡大するための前記ズーム用4重極レンズ群23、24、25は有用なものではあるが、次のような問題を含んでいる。

(1) エネルギー分散の可変範囲を大きくするためには、分散距離を小さくして広範囲のスペクトルを計測できるようにする必要がある。そのためには、試料から扇形電磁石までの距離を大きくして縮小系にするため、必然的に扇形電磁石から平面検知器までの距離が小さくなる。3個以上の4重極レンズをこの狭い空間に設置しなければならぬので、おのずと縮小率に限界がある。

(2) システムの構造と電子レンズの制御が複雑になると共に、コストが上昇する。

【0006】また、前記した固体撮像素子を電子光学系中に挿入して電子エネルギー損失分析個所の像を撮影する方法には、高真空中で固体撮像素子を瞬時に駆動する機構が必要になり、機構の信頼性とコストの面で問題がある。また固体撮像素子を蛍光板からあまり離して設置できないので、拡大像が得られない欠点もあった。本発明は、簡単な構成で分散の可変率がより高い電子光学系を備えると共に、電子顕微鏡像の観察及び録画とその部分のエネルギー損失分析を駆動機構を必要とせずに瞬時に切り換えて行うことのできる分析電子顕微鏡を提供することを目的とする。

## 【0007】

【課題を解決するための手段】本発明においては、図1に示すように、斜め入射のエネルギー分析用扇形電磁石11の前後に1個ずつ磁場4重極(Q)レンズを設置して分散ズーム電子光学系を構成する。扇形電磁石11の入り口付近に設置される磁場4重極(Q1)レンズ1

3

0は平面検知器13にフォーカスする役目をし、扇形電磁石11と平面検知器13の間に設置される磁場4重極(Q2)レンズ12はエネルギー分散を大きく変えるズームの役目をする。

【0008】Q2レンズの位置は、Q1レンズと斜め入射の扇形磁場によるy方向、すなわち分散面に垂直な方向における収束点の近くとする。Q2レンズを大きくかえても、y方向の収束点がレンズの中央にあるので、場の影響は小さくy方向の像幅の変化は少ない。エネルギー損失のスペクトルを広範囲に計測したい場合には、

Q2レンズの場を弱くしてQ1レンズのみでフォーカスさせればよい。

【0009】また、本発明では、扇形電磁石を切ったときに直進する電子ビームを遮断する位置に顕微鏡像の撮像手段14を設ける。試料の像観察とエネルギー分析は同時には行わないので、像観察するときは扇形磁場を実質的にゼロにし、電子ビームを撮像手段で受けて分析すべき微小部分の顕微鏡像を撮像する。

【0010】

【作用】本発明による分散ズーム電子光学系においては、前述のように、扇形電磁石の入り口付近に設置される磁場4重極(Q1)レンズが平面検知器にフォーカスする役目をし、扇形電磁石と平面検知器の間に設置される磁場4重極(Q2)レンズがエネルギー分散を大きく変えるズームの役目をする。

【0011】そして、このように機能分離した2個のQレンズで分散ズーム電子光学系を構成したことにより、従来より少ない数のQレンズでより高性能のズーム系を得ることができると共に、電子レンズ系の制御が簡単になる。また、扇形電磁石と平面検知器の間には1個のQ

レンズを設置するだけであるので空間的な余裕が生じ、撮像用カメラ等他の応用に必要な部品を挿入することが可能になる。

【0012】また、本発明による分析場所の撮像は、駆動機構を用いずに扇形電磁石とフォーカス用Q1レンズの電気的な制御により行うものであるから、分析場所についての撮像とエネルギー損失分析とを高速に切り換えて行うことが可能となる。

【0013】

【実施例】以下に本発明の実施例を説明する。

【実施例1】本発明による分析電子顕微鏡の全体構成を図1に示す。図1(a)は正面図、図1(b)はそのP視図である。

【0014】従来の構成と異なる点は、扇形磁場の入り口付近にフォーカス用の磁場4重極(Q1)レンズ10を、扇形磁場と平面検知器13の間に分散ズーム用の磁場4重極(Q2)レンズ12を設け、それぞれのQレンズを制御する電源部15を設置した点、また、固体撮像素子14を扇形電磁石11の下方に配置した点である。Q2レンズの位置は、Q1レンズと斜め入射の扇形磁

4

場によるy方向の収束点31の近くでなければならない。電源部15は、Q1レンズ及びQ2レンズを制御すると共に、像観察を行う場合とエネルギー損失分析を行う場合に、扇形磁場を切り換える役目もする。

【0015】斜め入射の扇形磁場の前後に1個ずつ磁場4重極レンズを設置した本発明の構成によるエネルギー分散のズーム効果と、扇形電磁石と平面検知器の間に3個以上の磁場4重極レンズを設置する従来の構成によるエネルギー分散のズーム効果を、電子の軌道計算プログラムでシミュレーションして比較した結果を図5に示す。

【0016】図5の横軸QKMは、従来技術では磁場4重極レンズ25、本発明ではQ2レンズ12の場の定数であり、それぞれの分散のズーム可変の役割をする。平面検知器上へのフォーカスの役目は、従来技術では磁場4重極レンズ23、本発明ではQ1レンズ10が分担するが、その変化はズーム用Qレンズの値に比例した場になる。縦軸Dは速度分散係数を表し、エネルギー分散係数の0.5倍に相当する。この値の変化が大きいほど、分散のズーム効果が高いといえる。

【0017】図中、実線の曲線(a)は本発明の構成によるシミュレーション結果を示し、破線の曲線(b)は従来の構成によるシミュレーション結果を示す。この図から明らかなように、本発明の構成による場合、Dは0.22から245まで変化し、1114倍のズーム拡大率が得られている。これに対して同じ規模の配置における従来技術では、Dは3.0から130まで変化し、ズーム拡大率は43倍に留まる。

【0018】一方、y方向の像幅のズーム拡大による変化を知るために、y方向の収差係数Bの値をシミュレーションした結果を図6に示す。横軸は、図5と同じくズーム拡大用磁場4重極レンズの場の定数である。図中、実線(a)は本発明の電子レンズ系の構成を採用した場合を示し、破線(b)は従来の構成を採用した場合を示す。図6から明らかなように、本発明の構成の場合も、従来技術の場合とほぼ同じ程度の値( $-1 < B < 1$ )で変化している。ただしこの範囲に留めるにはQ2レンズの位置が微妙に影響するので、電子ビームの進行方向(z)に沿ってQ2レンズの位置を微動調整する機構があると便利がよい。

【0019】ズーム用Q2レンズとフォーカス用Q1レンズの相関を図7に示す。図中、実線(a)は本発明の電子レンズ系の場合を、破線(b)は従来の場合を示す。図から分かるように、本発明による構成の場合も従来技術と同じく比例関係にあるが、場の強さは従来技術に比べて1/4程度小さい値である。従って、Q2レンズの変化に比例して、自動的にレンズの磁場コイル電流が制御する機構を備えると便利である。

【0020】次に、再び図1を参照して、試料の分析場所の撮像について説明する。まず、おおまかに直接に像

観察をする場合は蛍光板9を用いる。そして、分析したい位置が決まったら、そこに蛍光板の中央の小穴を合わせる。小穴を通過した部分の拡大像を撮像する場合は、制御電源15によりフォーカス用Q1レンズ10と扇形電磁石11の磁場を切って電子ビームを直進させ、固体撮像素子14で撮像する。フォーカス用Q1レンズの磁場を切るのは、非対称レンズであるQ1レンズによって像が変形するのを防止するためである。

【0021】また、分析場所を撮像する時、扇形電磁石11の磁場は必ずしもゼロにする必要はなく、電子ビームが実質的にエネルギー分散を受けず撮像に影響がない程度の弱い磁場を発生させておいてもよい。扇形電磁石11のヒステリシスの処理を考慮すると、扇形電磁石11への通電を完全には遮断せず、弱い磁場を発生させていた方がよい場合もある。このとき、電子ビームは弱い磁場による偏向を受けるので、固体撮像素子14の設置位置をその偏向方向にずらす必要がある。

【0022】電子のエネルギー損失を分析する場合は、制御電源15によりフォーカス用Q1レンズ10と、扇形電磁石11の磁場を印加して電子ビームを分散させ、分散ズーム用Q2レンズ12を通して、平面検知器13に収束させてスペクトルを撮る。このように本構成では、切替制御を全て電氣的に行うので、高速な切替ができる。

【0023】〔実施例2〕図2に、本発明による電子エネルギー損失同時検知器の一実施例を示す。図2(a)は正面図、図2(b)はそのP視図である。扇形電磁石11の入射側にはQ1コイル10が、出射側にはQ2コイル12が設置されている。16は観察室、20は分析管、17は分析管に設けられた枝管、18は撮像素子用室、19は電磁石コイル、21は分散された電子ビームである。枝管17は分析管20から磁場偏向を受けない電子ビームが進行する方向に伸び、扇形電磁石11のヨークの一部に設けた穴を通して撮像素子用室18につながる。

【0024】一般に電子顕微鏡の結像は焦点距離が長いので、蛍光板9の位置に結像した像は扇形磁場の下方に設置された固体撮像素子14の位置でも結像を示す。そして、蛍光板9から遠ざかるほど像は拡大される。磁場内の分析管20の内径はほぼ10mmであるから、固体撮像素子14の位置では20mm程度の像が得られ、固体撮像素子14の大きさ内に入る。固体撮像素子14は、一般にYAG単結晶の蛍光体と光ファイバプレートとを組み合わせ、電子像を光像に変換し、2次元に分布した微小な固体素子内で電荷として蓄積し、それを電気信号として読み出して受像機(図示せず)に送る。

【0025】〔実施例3〕本発明による扇形電磁石の一実施例を図3に示す。本実施例は、扇形電磁石11のヨークの形状がダブルE形の場合についてのものである。この場合は、分析管20をヨークの中に組み込むため

に、ヨークは2つに分割できる構造になる。この方式はコンパクトな形状になるが、分析管20と磁極の位置を微動して収束条件を調整するには向かないので、この収束条件は2つの磁場4重極レンズを調整して行う。

【0026】〔実施例4〕本発明による扇形電磁石の他の実施例を図4に示す。本実施例は、扇形電磁石11のヨークの形状がC形の場合についてのものである。C形ヨークに巻回されたコイル19の間に枝管付きの分析管20を挿入する。枝管17の先端には、撮像素子用室18が設けられる。ヨークの形状がC型の場合は、分析管20と電磁石が分離できる構造になり、組立てや分解が容易になるので、磁極の位置を微動して収束条件を調整することができる特長がある。

#### 【0027】

【発明の効果】前記した分散ズーム電子光学系及び撮像手段を有する本発明の分析電子顕微鏡によると、次のような効果が得られる。

(1) 分散のズームに必要なQレンズの数を2つに減らすことができるので、レンズの制御方式が簡略でき、製造コストが低減できる。

(2) 扇形磁場と平面検知器の間に空間的な余裕ができて、他の応用に必要な部品(例えば像撮影用のカメラ)の挿入ができる。

(3) 分散の最大値が約2倍向上し、最低値が7%まで低減するので、ズーム拡大率が従来方式より2.6倍向上する。そのため、電子エネルギー損失スペクトルを従来よりも広範囲に計測したり、特定の狭い範囲を大きく拡大して計測することができる。

(4) ズーム拡大率が大幅に向上したにもかかわらず、y方向の像幅の変化は従来とかわらず、ズーム設定による検出感度の低下はない。

(5) 元素分析したい部分の像観察ができ、電子エネルギー損失分析とその部分の像観察が、磁場のON/OFFで瞬時に切替られる。

(6) 真空中において駆動機構がなくなるので、固体撮像素子の信頼性が向上する。

(7) 撮像位置が像観察室から遠ざかるので、分析部分の像拡大率が増大する。

(8) 既存の分析電子顕微鏡に固体撮像素子による分析部分の像観察の機能を追加するには、分析管の取替えと、磁場切替制御電源の追加をするだけで対応可能である。

#### 【図面の簡単な説明】

【図1】本発明による分析電子顕微鏡の全体構成図。

【図2】本発明による電子エネルギー損失同時検知器の実施例を示す図。

【図3】本発明による扇形電磁石の実施例を示す図。

【図4】本発明による扇形電磁石の他の実施例を示す図。

【図5】分散ズーム効果の比較図。

7

【図6】y方向収差係数の変動の比較図。

【図7】ズーム用Qレンズとフォーカス用Qレンズの関係を示す図。

【図8】従来の分析電子顕微鏡の構成図。

【図9】従来の電子エネルギー損失同時検知器における撮像手段の説明図。

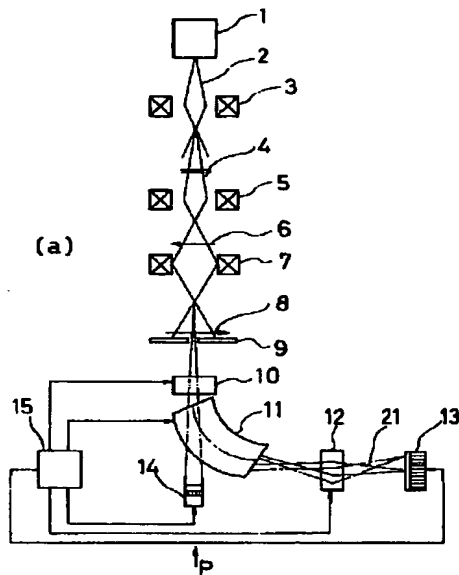
【符号の説明】

1：電子源、2：電子ビーム、3：集束レンズ、4：試

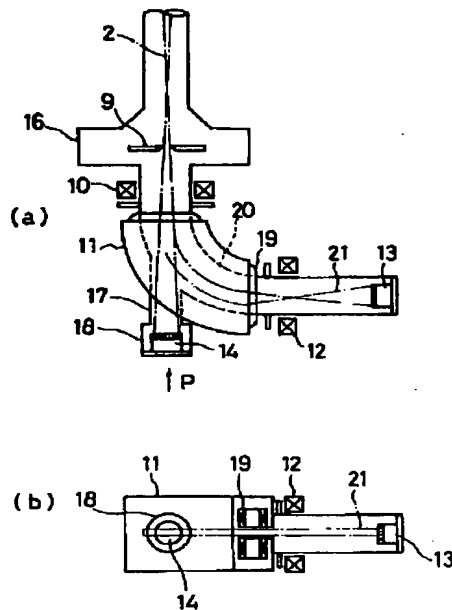
8

料、5：対物レンズ、6：結像1、7：結像レンズ、  
8：結像2、9：小穴付蛍光板、10：フォーカス用磁  
場4重極レンズ、11：扇形電磁石、12：分散ズーム  
用磁場4重極レンズ、13：平面検知器、14：固体撮  
像素子、15：切替制御電源、16：観察室、17：枝  
管、18：撮像素子用室、19：磁石コイル、20：分  
析管、21：電子エネルギー損失ビーム

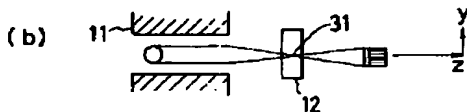
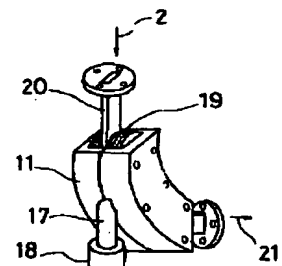
【図1】



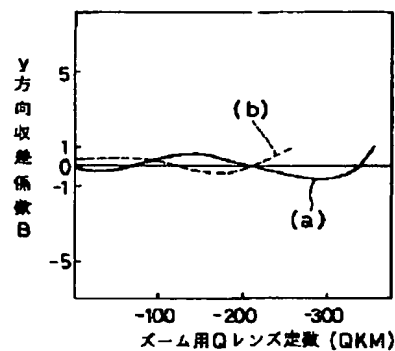
【図2】



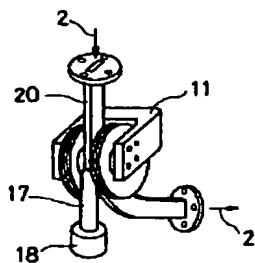
【図3】



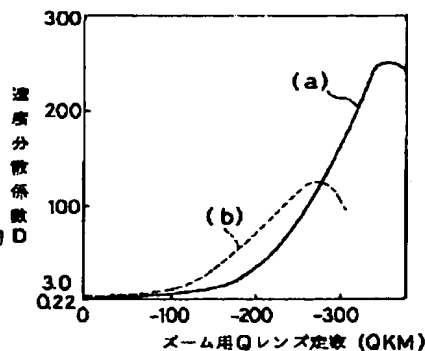
【図6】



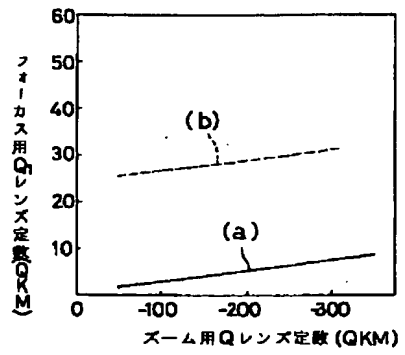
【図4】



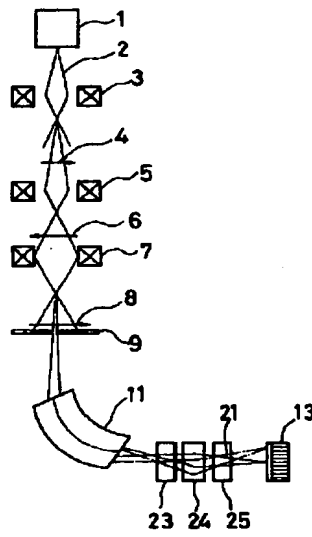
【図5】



【図7】



【図8】



【図9】

